

VÁLASZ DR. GUBICZA JENŐ

MERTINGER VALÉRIA „TERMOMECHANIKUS KEZELÉS HATÁSA ALAKMEMÓRIA ÖTVÖZETBEN ÉS
AUSZTENITES

ACÉLBAN VÉGBEMENŐ MARTENZITES ÁTALAKULÁSRA” CÍMŰ ÉRTEKEZÉSÉRŐL ÍRT

OPPONENSI BÍRÁLATÁRA

Tisztelettel köszönöm Bíráló gondos munkáját, észrevételeit. A bírálathoz megfogalmazott kérdésekre (K), azok sorrendjében válaszolok (V), illetve a megjegyzésekre (M) azok sorrendjében reflektálok (R):

M1: „A dolgozat nyelvezete magyaros, stílusa gördülékeny, helyesírási hibát vagy elütést csak elvétve lehet találni benne. Ugyanakkor megjegyzem, hogy az 59-63. ábrák mikroszkópos képein hiányoltam a léptéket.”

R1: Valóban nincs lépték, mivel az ábrák videofelvételből kivett képkockák. Az 59. ábra eredeti felvételei kb. 200x-os nagyítás mellett kerültek rögzítésre. A teljes videofelvételek elején található mindig a lépték, erre mutat példát a következő képkocka (**1. Ábra**), mely filmünk a YouTube fájlmeosztó csatornán is elérhető [1]:



1. Ábra In situ video részlet a méretskála feltüntetésével [1]

K1: „A 13. oldalon és a 7-8. ábrákon mi az R fázis a Ni-Ti ötvözetekben?”

V1: A Ni-Ti ötvözetekben, széles koncentráció tartományban az ausztenit fázis két lépcsőben képes átalakulni hűtés vagy termomechanikus kezelés hatása alatt. A B2 rácsú ausztenit martenzitesen trigonális (egyes esetekben hexagonális módon jellemzett) R fázissá alakul, majd ez a martenzit szintén martenzites átalakulás során monoklin B19' martenzitté alakul. Az R fázis tehát martenzit. Megjelenése egyrészt növelheti az átalakuláshoz tartozó nyúlást, másrészt kevésbé jól kezelhetővé teszi az ötvözetet alkalmazás során, hisz így két hőmérsékleten is vált rácsszerkezetet. A Ni-Ti ötvözetben a szilárdság növelésére alkalmazott

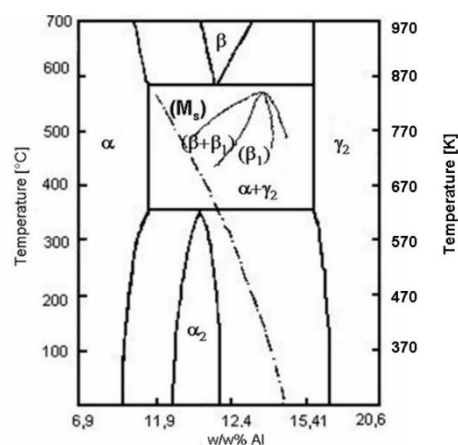
Ni_4Ti_3 kiválások megjelenése kedvezően hat az átmeneti R martenzit kialakulására, ami viszont az átalakulási tulajdonságokat rontja. Megfelelően megválasztott termomechanikus kezeléssel az R fázis megjelenése elkerülhető [2][3][4].

K2: „A 14. ábrán szerepel, hogy egy adott méret alatt illetve felett a Ni_4Ti_3 kiválások koherensek illetve szemikoherensek. Milyen vizsgálatokból tudja, hogy mekkora ez a kritikus szemcseméret?”

V2: A kiválások klasszikus értelemben vett koherenciáját rácsfeloldást biztosító pl. nagyfelbontású elektronmikroszkópiával lehetne megmutatni. Ilyen vizsgálat nem készült. A mátrix és a kiválások közti koherencia, illetve annak a különböző fokozatai a martenzites átalakulást mutató anyagcsaládoknál összetettebb kapcsolat, hisz például a rácsilleszkedésen túl a kiválás közvetlen környezetében lévő diszlokáció sűrűség, vagy ikerhatár sűrűség értéke döntő hatással lehet az átalakulás jellegére például a fent említett R fázis megjelenésére is [5]. Ilyen hatásokat a saját mikroszkópi felvételeken is lehet látni pl. 9.d ábra, így ezen hatásokból következtettem a kritikus szemcseméretre.

K3: „A 30. oldal 1. bekezdésében β_1 , β' és α fázisokról ír. Kérem pontosítsa, hogy milyen fázisokat jelölt ezekkel a betűkkel!”

V3: Az Al-Cu kétalkotós fázisdiagram részletét mutatja a **2. Ábra**. Pontvonallal az M_s hőmérséklet koncentráció függése is látható. Az egyensúlyi hűlési folyamatok szerint a rendezetlen térközepes kockarácsú β fázis kétlépcsős rendeződésen megy át, először a β_2 (B2) majd ebből β_1 (DO_3) rendezett rácsú fázis alakul ki. További hűtés hatására ez a szilárdoldat α (felületen középpontos kocka rácsú) és γ_2 (térben középpontos kocka rácsú) fázisokból álló eutektoiddá alakul. Az ezt követő peritektoidos reakció ritkán megy végbe. Ha a β fázist gyorsan hűtjük le, akkor az egyensúlyi folyamatok nem vagy csak részben mennek végbe. Az eutektoidos átalakulás elmaradhat és a β_1 stabil maradhat az M_s hőmérsékletig, ahol β_1' (18R) ortorombos, illetve összetételtől és mechanikai igénybevételtől függően hexagonális γ_1' (2H) martenzitté alakul.



2. Ábra A Cu-Al fázisdiagram részlete

K4: „A 41-42. oldalakon a PLC effektusról azt írja, hogy a Cr tartalom növekedésével nő a fogazás periódusa és szűkül az a hőmérséklet tartomány, ahol a jelenség megfigyelhető. Ezen kívül a fogazás periódusa nő a nyúlás növekedésével. Mivel magyarázza ezeket a megfigyeléseket? Ezen kívül azt állítja, hogy a PLC hatás az α' -martenzit fázis megjelenéséhez köthető. Mi ennek a magyarázata? Ráadásul a 3. acélminta esetén 25 °C-os deformáció során képződik a legtöbb α' -martenzit (lásd. 42. ábra), viszont éppen ott nem látható PLC effektus (39. ábra).”

Az instabil alakváltozás, vagy lokalizált alakváltozás már több mint 100 éve ismert tény fémek alakítása közben, az irodalom többféle elnevezést is használ a jelenség leírására, mint pl, Lüders sávok keletkezése, Portevin-Le Chatelier (PLC) hatás, vagy dinamikus alakítási öregedés (DSA) [6]. A fémek alakváltozásának diszlokációs elméleti leírása után Cottrell már a múlt század közepén leírta, hogy az instabil alakváltozást az oldott atomok és diszlokációk kölcsönhatása okozza. Mivel a hőmérséklet és az alakítási sebesség hatással van a két kölcsönható részvevő tulajdonságaira (a hőmérséklet hatással van az oldott atomok mozgására, míg az alakítási sebesség a diszlokációk nukleációjára) így ez a két legfontosabb paraméter, mely az instabil alakváltozásra is hatással lesz. Egyéb paraméterek, mint pl. berendezés szabályozás [7], ötvözet összetétel, rács típus, szemcseméret, második fázis méret alak koherencia [8] stb. szintén hatással bírnak. Az instabil alakváltozás leggyakrabban szakító vizsgálat során figyelhető meg, mind szubsztitúciós mind intersztíciós ötvözetek mint pl. Ni, Al, Cu, acél esetében, a görbe fogazottá válásával. Sokszor az alakított fém felületén is megjelenik sávozottság formájában ezért gyakorlati jelentősége nem csak a mechanikai anyagjellemzőkre gyakorolt hatásában van [9]. A jelenséget a sávok geometriai jellemzői vagy a görbe fogazottságának jellege szerint A, B, és C típusú PLC sávokra osztják és a létrehozó paraméterrel korreláltatják. Általánosan elfogadott, hogy a sávozottság a diszlokációknak az oldott ötvözők általi blokkolása miatt van (DSA) [10]. Viszont az a megfigyelés, amit negatív sebességérzékenységnak hívnak (negative strain rate sensitivity- NSRS) a DSA-val nem mindig magyarázható [11]. Az NSRS azt jelenti, hogy kisebb alakítási sebességnél a folyásgörbe nagyobb feszültség értékeket mutat. TWIP acélok komplex alakváltozásának a DSA és PLC hatások leírásával kapcsolatosan Chen és társai még 2007-ben is azt írták, hogy nagyon sok nyitott kérdés van [12]. A PLC sávok típusának (amplitúdó, frekvencia, lépcsőzöttség) megjelenését a szakítás hőmérsékletével és az összetétellel hozzák összefüggésbe különösen a Mn tartalomnak van jelentős hatása, több forrás az alakítási sebességgel is korreláltatni tudta [13][14][15]. A típusú nagy alakítási sebességnél és alacsony hőmérsékletnél megfigyelhető, irreguláris fogazottsággal, B típusú közepes és magas alakítási sebességnél, korreláló sávokkal, nagy amplitúdóval, C típusú alacsony alakítási sebességnél és magas hőmérsékleten reguláris fogazottsággal jelenik meg [16]. A PLC sávok terjedése szempontjából Kim és társai A,B,C,D típusú sávokat különböztet meg [17]. Lee és társai [18] megmutatták, hogy az alakítási sebesség növelésével változik az alakváltozás -fázisátalkulás jellege, TRIP-TWIP átalakulás történik ami szintén eltérő PLC sávozottsággal jár együtt. Müller TRIP acél vizsgálatával megmutatta, hogy a fogazottságot az intersztíciósok és a létrejött α' martenzit fázisban mozgó diszlokációk kölcsönhatása eredményezi, bizonyos hőmérséklet és alakítási sebesség mellett. Ferrites/martenzites acél vizsgálatánál Sarkar és társai [20] kritikus alakítási

sebesség -hőmérséklet technológiai ablakot határoztak meg és szubsztizúciós ötvözők és a diszlokációk kölcsönhatására vezették vissza a PLC hatás megjelenését. A fogazottság frekvenciájának a növekedését a diszlokáció akadályon való várakozási idejének növekedésével magyarázták, amely szintén arányos a nagyobb feszültség okozta diszlokáció sűrűség növekedéssel. Az alakítási sebességnek az ikresedés mértékére való hatását vizsgálták Bintu és társai [19], TWIP acélon. Megállapították, hogy az alacsonyabb alakítási sebesség kedvez az ikresedés kialakulásának, és pozitív alakítási sebesség érzékenységet eredményez. Növelve az alakítási sebességet a tendencia megfordul. Az ikresedéssel járó képlékeny alakváltozás nem mutatott instabilitási effektusokat, amit ők az erős alakítási keményedéssel magyaráztak. Az első, a PLC hatás megjelenésére vonatkozó végeselemes szimulációk eredményét 2015-ben publikálták először [21]. Kísérleti eredményekkel is alátámasztották, hogy TWIP acélban az Al ötvöztetés, mivel megemeli a rétegződési hibaenergiát, akadályozza a részleges ikerképződést, amivel a DSA is elkerülhető. Aydemir és társainak közleményében [22] először említi, hogy kétféle martenzit is jelen van, de nem hozza összefüggésbe a PLC jelenséggel. Azt ő is megerősíti, hogy a fogazottság nagysága nő kisebb alakítási sebesség mellett, a diszlokációs várakozási idő növekedése miatt. Cai [23] és társai az Al tartalom függvényében mutatnak ki eltérő fogazottságot és a PLC hatás valamint a nem folytonos TRIP hatás kölcsönhatásával magyarázzák. 2017-ben Sun [24] a PLC okaként még mindig azt írja le közepes Mn ötvöztetésű acélokban, hogy problémás a diszlokációs csúszás, ikresedés, és martenzit képződést dekonvolúcióját megvalósítani. Új elemként említik a kezdeti martenzit csírák diszlokáció mozgást akadályozó hatását. Ha a martenzit könnyebben kialakul (kevésbé stabil az ausztenit) ez az akadályozó tényező hamar megszűnik. Nagyobb térfogatban kialakuló martenzit viszont már a DSA ellen hat. Ezen ellentétes hatásokkal indokolják, hogy a PLC hatás csak bizonyos kísérleti körülményeknél jelentkezik. Összességében a szakirodalmi adatokról azt lehet megállapítani, hogy a PLC és egyéb instabil alakváltozási jelenségeket szinte kizárólag ötvözetspecifikusan vizsgálták vagy TRIP vagy TWIP hatást mutató acélokra. A kutatási terület jellemzően azon technológiai /kísérleti körülmények feltárására irányult, ahol a hatás megjelenik, vagy épp elkerülhető. A kutatások igen magas hányadánál az alakváltozási sebességérzékenység kimutatása a fókuszterület. Nagyon ritka az a szakirodalom, ahol komplex fázisok kialakulása mellett vizsgálták a jelenséget. Ezzel a rövid összefoglalóval és a töredéknyi irodalom felsorakoztatásával azt szerettem volna érzékeltetni, hogy a PLC hatás megjelenésének magyarázatára még nagyon sok a tisztázandó kérdés. A saját eredményeim kapcsán megfigyeléseket, tényeket állapítottam meg. A jelenségek magyarázatára annak tükrében, hogy erre vonatkozóan nem végeztem kutatásokat, a mai ismereteim alapján a következőt tudom mondani: elfogadom, hogy a feszültségesések diszlokációk elakadásából/elszabadulásából adódnak. A saját ötvözetemnél a diszlokációs elakadást okozhatja oldott atom, ikerhatár (ε megjelenése) vagy az α' csírái. A folyamatban a termikus aktiváció is biztosan fontos szerepet játszik, mert ahogyan Bíráló is említette, a szobahőmérséklethez közeli mintában is három fázis van, a fogazottság mégsem jelentkezik egyik ötvözetnél sem. A fogazás periódusának a növekedése azt jelenti, hogy a diszlokációs „várakozási idő” nő. A Cr periódus növelő hatása a rétegződési hibaenergiára kifejtett módon

érvényesül, vagyis a martenzit képződést hátráltatja ezáltal könnyíti meg a diszlokációs mozgást. Az alakváltozás mértékének növelése szintén növeli a fogazás periódusát, ami a diszlokáció sűrűség növekedésével magyarázható. Mélyebb elemzés nélkül a saját ötvözetekben B típusú PLC hatást definiállok.

K5: „A 40. ábrán nem világos, hogy a három szakítógörbe felvétele között mi a különbség. A feliratban 30 ill. 40% terhelés van írva arra a két görbére, amelyek csak 25% megnyúlásig mennek el.”

V5: A három görbe azonos hőmérsékleten különböző mértékig terhelt mintadarabok eredményeit foglalja össze, egy törésig és két kisebb mértékig. A terhelés mértékét a vízszintes tengely szerinti természetes nyúlás adatok adják. Valóban zavaró a mintadarabok elnevezésében a % jel, ami a tervezett mérnöki nyúlás értékére utalt volna, de ez nem feltétlen valósult meg, viszont a mintaelnevezéseket meghagytuk.

K6: „Az 55. ábrán az alacsonyabb hőmérsékleteken szakított mintáknál miért szélesebb a DSC görbe és miért van eltolódva a nagyobb hőmérsékletek felé? Miért nem látható a deformált minták megújulásától származó exotherm DSC jel?”

V6: TRIP/TWIP acélokna az egytengelyű húzás hatása eltér a konvencionális fémekben létrejövő állapotoktól. Egyrészt ezen acélokban a megújulás sokkal kisebb hatású és eltérő jellegű, hisz pont az ausztenit maradó alakváltozása helyett zajlik az ε martenzit megjelenése. Így a megújulási folyamatok termikus effektusa nagyon kicsi és elnyújtott a DSC görbén, ezért nem lehet a többi hatástól elválasztani.

Az 55. ábrán a kétféle DSC jelleggörbéjének a magyarázata a különböző ε martenzitek visszaalakulásából adódik. (A minta ferromágneses tulajdonságának megmaradása a 450°C-os hevítési ciklus után azt engedte feltételezni, hogy az α' martenzit nem alakult vissza). A termomechanikusan kezelt minták A_s hőmérséklete rendre magasabb a csak termikus ciklust járt mintákénál, vagyis a termomechanikus kezelés a martenzitet stabilizálja. A 140°C-on és az alatta kezelt minták A_f hőmérséklete magasabb (széles lapos csúcsok a DSC görbén), mint a magas hőmérsékleten kezelt mintáké, itt a visszaalakulás még nehezebben ment végbe. A nehezebb visszaalakulás egyik oka, hogy ezek a martenzitek M_s hőmérséklet alatti termomechanikus kezeléssel jöttek létre, feltételezzük, hogy kevert genetikájúak (termikusan és mechanikusan indukált) míg a keskeny csúccsal visszaalakulók M_s hőmérséklet felett lettek alakítva, zömében mechanikusan indukált eredetűek. Az ε martenzitek különböző genetikáját az {112} síksorozat textúra mérőszámának erős hőmérséklet függésével is igazoltuk. A mérőszám rendre erősebb a magasabb hőmérsékleten kezelt darabok esetén. Az alacsonyabb hőmérsékleten megjelenő és megmaradó α' martenzit szintén gátolhatja az ε martenzit visszaalakulását, okozva ezzel széles elnyújtott görbéket és magasabb A_f hőmérsékletet.

K7: „Hogyan készültek a határolt területű röntgendiffrakciós felvételek?”

V7: Ezek a felvételek monocap optika használatával készültek Bruker D8 Advance típusú röntgendiffraktométerrel. Az optikai elem esetében a kilépő sugárolt méret 1 mm átmérőjű.

K8: „8.A 72-73. ábrákon mekkora az ausztenit hányad ill. keménység értékek hibája?”

V8: A keménység vizsgálatok esetében, (73. ábra) mivel egy erősen változó szöveten a keménységtraverz meghatározása volt a feladat, és minden keménységi adat szinte más-más jellegű szövetből adódott, a mérés hibáját a nyom aszimmetrikus volta adta. A leolvasási bizonytalanságot fénymikroszkóp alkalmazásával csökkentettük. Úgy gondolom, hogy a hiba nem nagyobb, mint 5%, de ezt a szövet összetettsége miatt nehéz igazolni. A minta erodálódott széle miatt a párhuzamos mérések elvégzésére gyakorlatilag nincs mód.

A röntgendiffrakciós vizsgálatnál hasonló hatással kell számolni. A szelektív területű vizsgálati helyek egyrészt átfedtek, másrészt nagyon heterogén szerkezetről adtak információt. Úgy gondolom, hogy a szórás nagy, de a tendencia kimutatható, az ausztenit mennyisége csökken a belső csőfaltól kifelé távolodva. Ezt a ferromágneses jelleg változása is megerősítette.

HIVATKOZOTT IRODALMAK:

- [1] <https://www.youtube.com/watch?v=jlXc82n1ThU>
- [2] Li Hu, Shuyong Jiang, and Yanqiu Zhang, Role of Severe Plastic Deformation in Suppressing Formation of R Phase and Ni₄Ti₃ Precipitate of NiTi Shape Memory Alloy Metals 2017, 7, 145;
- [3] Enrique López Cuellara, Esaú Nuñez Mendoza, Carlos José De Araújo, Beatriz Cristina López Wallea, Jorge Otuboc, Cezar Gonzalezd, Effect of Spun Velocities and Composition on the R-phase and Thermomechanical Behavior in Ti–Ni Ribbons Electrically Heated, Materials Research. 2016; 19(3): 580-587
- [4] Takashi Fukuda, Gakudai Yamasaki, Hiroaki Yoshinobu and Tomoyuki Kakeshita, Mechanical Properties of the R-Phase and the Commensurate Phase under [111] Tensile Stress in Iron-Doped Titanium-Nickel Alloys, Materials Transactions, Vol. 57, No. 3 (2016) pp. 278 to 282
- [5] E. Yu. Panchenko, Yu. I. Chumlyakov, and H. Maier, Features of multistage thermoelastic B2–R–B19 martensitic transformations in heterophase single crystals of Ti–Ni alloys, Russian Physics Journal, Vol. 57, No. 8, December, 2014 (Russian Original No. 8, August, 2014)
- [6] F. Chmelik, A. Ziegenbein, H. Neuhauser, Pavel Lukac, Investigating the Portevin–Le Chatelier effect by the acoustic emission and laser extensometry techniques, Materials Science and Engineering A324 (2002) 200–207
- [7] L. J. Cudddy, W. C. LESLIE, Some aspects of serrated yielding in substitutional solid Solutions of iron, Acta Metallurgica, Vol. 20, October (1972) 1157
- [8] S. Kumar, Inverse behaviour of the onset strain of serrated flow, Scripta Metallurgica et Materialia Vol. 33, No. 1, pp. 81-86 (1995)
- [9] F. Louchet, Y. Brechet, A physical approach to the toughness problem: from thermodynamics to kinetics--ii. The heterogeneous case, Acta metall. mater. Vol. 41, No. 3, pp. 793-800, (1993)
- [10] E. PINK, A. GRINBERG, Serrated Flow in a Ferritic Stainless Steel, Materials Science and Engineering, 51 (1981) 1 - 8
- [11] L. P. Kubin, Y. Estrin, The Portevin-Le Chatelier effect in deformation with constant stress rate, Acta Metall. Vol. 33, no. 3. Pp. 397-407. (1985)

- [12] L. Chen, H. S. Kim, S.K. Kim, B. C. de Cooman, Localized Deformation due to Portevin–LeChatelier Effect in 18Mn–0.6C TWIP Austenitic Steel, *ISIJ International*, Vol. 47 (2007), No. 12, pp. 1804–1812
- [13] G. Scavino, F. D’aiuto, P. Matteis, P. Russo Spena, D. Firrao, Plastic Localization Phenomena in a Mn-Alloyed Austenitic Steel, *Metallurgical and Materials transactions A Volume 41a*, June (2010) 1493
- [14] Weidner, A. Müller, H. Biermann, Portevin Le Chatelier effect in a metastable austenitic CrMnNi steel, *Materials Today: Proceedings 2S* (2015) S623 – S626
- [15] A. Müller, C. Segel, M. Linderov, A. Vinogradov, A. Weidner, H. Biermann, The Portevin–Le Chatelier Effect in a Metastable Austenitic Stainless Steel, *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A VOLUME 47A*, JANUARY 2016—59
- [16] P. Maj, J. Zdunek, M. Gizynski, J. Mizera, J. Kurzydowski, Statistical analysis of the Portevin–Le Chatelier effect in Inconel 718 at high temperature, *Materials Science & Engineering A* 619(2014)158–164
- [17] J.G. Kim, S. Hong, N. Anjabin, B.H. Park, S.K. Kim, K.-G. Chin, S. Lee, H.S. Kim, Dynamic strain aging of twinning-induced plasticity (TWIP) steel in tensile testing and deep drawing, *Materials Science & Engineering A* 633 (2015) 136–143
- [18] S. Lee, Y. Estrin, B. C. De Cooman, Effect of the strain rate on the trip–twip transition in austenitic Fe-12 pct Mn-0.6 pct C twip steel, *Metallurgical and materials transactions A Volume 45a*, February (2014) 717
- [19] A. Bintu, G. Vincze, C.R. Picu, A.B. Lopes, J. Grácio, F. Barlat, Strain hardening rate sensitivity and strain rate sensitivity in TWIP steels, *Materials Science & Engineering A* 629 (2015) 54–59
- [20] A. Sarkar, S. A. Maloy, K. L. Murty, Investigation of Portevin–Le Chatelier effect in HT-9 steel, *Materials Science & Engineering A* 631(2015)120–125
- [21] J.G. Kim, S. Hong, N. Anjabin, B.H. Park, S.K. Kim, K.-G. Chin, S. Lee, H.S. Kim, Dynamic strain aging of twinning-induced plasticity (TWIP) steel in tensile testing and deep drawing, *Materials Science & Engineering A* 633 (2015) 136–143
- [22] B. Aydemir, H. K. Zeytin, G. Guven, Investigation Of Portevin-Le Chatelier Effect Of Hot-Rolled Fe-13Mn-0.2C-1Al-1Si TWIP Steel, *MTAEC9*, 50(4)511(2016)
- [23] Z.H. Cai, H. Ding, R.D.K. Misra, S.Q. Qiguan, Mechanistic contribution of the interplay between microstructure and plastic deformation in hot-rolled Fe–11Mn–2/4Al–0.2C steel *Materials Science & Engineering A* 652(2016)205–211
- [24] B. Sun, N. Vanderesse, F. Fazeli, C. Scott, J. Chen, P. Bocher, M. Jahazi, S. Yue, Discontinuous strain-induced martensite transformation related to the Portevin-Le Chatelier effect in a medium manganese steel, *Scripta Materialia* 133 (2017) 9–13

Még egyszer tisztelettel köszönöm Bíráló munkáját, észrevételeit, kérdéseit. Bízom benne, hogy a válaszokkal sikerült minden nyitott kérdést lezárnom.

Miskolc, 2017.08.28.



Mertinger Valéria